

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 771 860**

51 Int. Cl.:

C07C 235/10 (2006.01)

C07C 235/14 (2006.01)

C07C 235/16 (2006.01)

C09D 4/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **18.07.2014 PCT/FR2014/051844**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.01.2015 WO15011375**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.07.2014 E 14790148 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.01.2020 EP 3024814**

54 Título: **Diamidas de ácidos grasos a base de diaminas cicloalifáticas y alifáticas, utilizadas como organogelificadores**

30 Prioridad:

25.07.2013 FR 1357347

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

07.07.2020

73 Titular/es:

**ARKEMA FRANCE (100.0%)
420, rue d'Estienne d'Orves
92700 Colombes, FR**

72 Inventor/es:

BERNARD, MICHAEL Y.

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 771 860 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Diamidas de ácidos grasos a base de diaminas cicloalifáticas y alifáticas, utilizadas como organogelificadores

5 La invención se refiere en primer lugar a una diamida de ácido graso que comprende en su estructura simultáneamente diaminas cicloalifáticas y alifáticas con una relación molar específica, y a la utilización de este producto como organogelificador o como agente o aditivo reológico, en particular en composiciones de revestimientos, de moldeo, de selladores o agentes de estanqueidad, de agente de decapado o de cosmética.

El documento US 3 977 894 describe aditivos reológicos autoactivables a base de mezcla homogénea de organoarcillas, tri-12-hidroxiestearato de glicerilo y una amida grasa a base de una diamina alifática de C₂ a C₁₈ y ácido 12-hidroxiesteárico.

10 Se conocen ya, con rendimientos interesantes, aditivos reológicos, en particular tixotrópicos a base de diamidas que comprenden como componente diamínico una amina alifática y xililendiamina y en particular m-xililendiamina. Sin embargo, dadas las limitaciones medioambientales relacionadas con su toxicidad y sobre todo sus potenciales efectos sobre la salud durante su manipulación, surge la cuestión de su sustitución al menos parcial en proporción más reducida y, preferiblemente, su sustitución total. Sin embargo, dicha sustitución no debe afectar de manera significativa a los rendimientos reológicos de las diamidas grasas obtenidas. Más concretamente, las diamidas consideradas deben tener rendimientos elevados, en términos de efecto tixotrópico y de resistencia al corrimiento, con condiciones de activación impuestas a temperatura relativamente baja, es decir, de 40°C a menos de 80°C. Esto corresponde en particular al caso de las composiciones de aglutinante en medio disolvente orgánico reactivo o no reactivo, disolvente que no debe, por efecto de evaporación o por efecto de reacción, experimentar altas temperaturas de activación y no debe presentar un riesgo para el medio ambiente y la salud si hay emisión de vapores de disolvente a alta temperatura, ni riesgo para la estabilidad de la composición de aglutinante si dicho disolvente es capaz de reaccionar por calentamiento a temperatura más alta. Además, no debe tener lugar ninguna afectación significativa de los rendimientos finales de aplicación. Este problema es sobre todo válido para las composiciones de revestimientos, tales como pinturas, barnices, tintas y revestimientos gelificados (comúnmente llamados también "gel coats"), o de colas o de adhesivos o de agente de decapado o de moldeo o de cosmética en medio disolvente orgánico reactivo o no reactivo. Por ejemplo, un disolvente no reactivo típico utilizado en pinturas es el xileno. Como ejemplo de disolvente reactivo (también llamado diluyente reactivo), se puede hacer mención del estireno o monómeros acrílicos en composiciones de revestimientos gelificados (*gel coats*) o de moldeo a base de poliésteres insaturados o ésteres vinílicos.

30 La afinidad de la m-xililendiamina y de las diamidas a base de esta diamina y de ácido 12-hidroxiesteárico con respecto a los disolventes utilizados en las composiciones de aplicación, en particular en los revestimientos o colas o adhesivos, hace que esta diamina sea un componente esencial para aditivos organogelificadores o aditivos reológicos, adecuados para estas aplicaciones. Más particularmente, en revestimientos como pinturas, barnices y tintas en medio disolvente no reactivo, como el xileno, la cuestión de su sustitución requiere encontrar un buen compromiso de rendimientos en este disolvente y con los aglutinantes orgánicos utilizables en este medio, sin afectar de manera significativa a los rendimientos reológicos durante la aplicación final.

40 En función de los parámetros vinculados al medio de utilización, de parámetros vinculados a la composición específica (parámetros moleculares y estructurales) y de otros parámetros vinculados a las condiciones de activación en un sistema dado, los rendimientos reológicos pueden variar significativamente y es muy difícil extrapolar y predecir estos rendimientos de una manera general a partir de lo que se conoce por los rendimientos de un sistema conocido muy particular. El efecto de gelificación en un medio particular de aplicación considerada requiere un compromiso específico entre la capacidad de la amida para disolverse (con una pretendida solubilidad específicamente limitada) y vinculada a la capacidad para formar fibras cristalinas y la tendencia a la precipitación y sedimentación en dicho medio a base de dicho disolvente orgánico. El término disolvente en las definiciones dadas anteriormente y más adelante, debe entenderse como un disolvente orgánico principal que no puede experimentar (no es capaz de) una activación a alta temperatura, en particular superior a 90°C. Por consiguiente, dicho disolvente según la invención es capaz de activarse solo a temperaturas inferiores a 90°C.

50 Por tanto, la presente invención tiene como objetivo superar los inconvenientes expuestos y pretende, por tanto, desarrollar nuevas diamidas grasas de composición específica y selectiva. Esta composición comprende diaminas de estructura cicloalifática en sustitución parcial y más particularmente en sustitución total de xililendiaminas, en particular de la m-xililendiamina en presencia de al menos una diamina alifática, como componentes esenciales amínicos de dichas diamidas en proporciones específicas. Por tanto, la invención pretende rendimientos satisfactorios de agente organogelificador y, en particular, al menos tan buenos como los de los organogelificadores a base de xililendiamina sola (100% del componente amínico), es decir, sin sustitución alguna por dicha diamina cíclica, tomado como referencia de comparación. Las diamidas según la invención son particularmente adecuadas para activarse a baja temperatura como se ha descrito anteriormente.

Las ventajas de la presente invención, con respecto a los productos y utilizaciones del estado de la técnica en el campo de las composiciones de aglutinante en medio disolvente orgánico, son rendimientos reológicos satisfactorios y, preferiblemente, al menos tan buenos como los obtenidos con las amidas a base de m-xililendiamina sola (en

ausencia total de diamina cicloalifática) con rendimientos al menos equivalentes. Estos rendimientos se obtienen sin tener las limitaciones medioambientales y de salud vinculadas a la toxicidad de dicha diamina aromática.

La presente invención cubre en primer lugar dicha diamida de composición específica.

El segundo objetivo de la invención se refiere al uso de dicha diamida como organogelificador.

5 Otro objetivo es el organogelificador que comprende dicha diamida.

Finalmente, la invención se refiere a una composición de aglutinante, que comprende dicha diamida para diversos usos.

Por tanto, el primer objetivo de la invención se refiere a una diamida de ácido graso caracterizada porque comprende los productos resultantes de una mezcla de reacción que comprende:

- 10 a) al menos una diamina cicloalifática que comprende un anillo de 6 átomos de carbono y en particular que comprende globalmente, incluido dicho anillo, de 6 a 18 átomos de carbono, preferiblemente seleccionándose dicha amina de: 1,3-bis(aminometil)-ciclohexano (1,3-BAC), 1,4-bis(aminometil)-ciclohexano (1,4-BAC), 1,2-bis(aminometil)-ciclohexano (1,2-BAC) y sus mezclas de isómeros, decahidronaftalen-diaminas, isoforona-diaminas, más preferiblemente 1,3-bis(aminometil)-ciclohexano (1,3-BAC), 1,4-bis(aminometil)-ciclohexano (1,4-BAC), y aún más preferiblemente 1,3-bis(aminometil)-ciclohexano (1,3-BAC),
- 15 b) un hidroxiácido graso, seleccionado de ácido 12-hidroxiesteárico (12-HSA), ácido 9-hidroxiesteárico (9-HSA), ácido 10-hidroxiesteárico (10-HSA), ácido 14-hidroxiicosanoico (14-HEA) o sus mezclas binarias o ternarias o cuaternarias, preferiblemente ácido 12-hidroxiesteárico o una mezcla binaria o ternaria de ácido 12-hidroxiesteárico con los otros hidroxiácidos mencionados,
- 20 c) al menos una segunda diamina seleccionada de diaminas primarias alifáticas lineales de C₂ a C₁₂, preferiblemente de C₂ a C₈, más preferiblemente de C₂ a C₆,
- d) opcionalmente, al menos un monoácido seleccionado de ácidos carboxílicos lineales saturados y no hidroxilados de C₆ a C₁₈, preferiblemente de C₆ a C₁₅, más preferiblemente de C₆ a C₁₂,
- 25 e) opcionalmente, al menos una tercera diamina primaria diferente de c) seleccionada de diaminas alifáticas lineales de C₂ a C₁₂, preferiblemente de C₂ a C₈, más preferiblemente de C₂ a C₆,
- f) al menos una diamina aromática seleccionada de xililendiaminas, preferiblemente de m-, p-xililendiaminas (m-, p-XDA), más preferiblemente m-xililendiamina (m-XDA), pudiendo dicha diamina aromática estar reemplazada parcial o totalmente por una diamina cicloalifática como se define en a),

en la que

- 30 - dicha diamina cicloalifática a) está en presencia de al menos una diamina aromática f) seleccionada de xililendiaminas,
- dicha diamina a) representa de 50 a 99% en moles del total en moles de diaminas a) + f) y
- el % en moles de (a+f)/(a+c+e+f) varía de 30 a 80%.

35 Según una opción preferida, el porcentaje en moles de (a+f)/(a+c+e+f) que representa la relación molar de las aminas cicloalifática a) y aromática f) con respecto al conjunto de las aminas, varía de 30 a 65%. Más particularmente, la relación en moles a/(c+e) de diamina a) a las otras diaminas alifáticas es de al menos 0,25 y preferiblemente varía de 0,45 a 0,95, más preferiblemente de 0,5 a 0,85.

40 El término "lineal" tiene significado, en comparación con una estructura ramificada, solo para las cadenas que comprenden al menos 4 átomos de carbono y significa para estas cadenas la ausencia de cualquier ramificación, siendo por definición siempre lineales las cadenas de longitud inferior (C₂ y C₃).

Según otra posibilidad de la presente invención, dicha diamina cicloalifática a), preferiblemente 1,3-BAC o 1,4-BAC, está en presencia de al menos una diamina aromática seleccionada de xililendiaminas f), preferiblemente p-XDA o m-XDA, más preferiblemente m-XDA, con dicha diamina a) que representa de 60 a 99% en moles del total en moles de diaminas a) + f).

45 Dicha diamina a) puede estar presente sola o en forma de mezcla que comprende dicha diamina a).

Según una opción más particular, dicha diamida según la invención comprende:

- i) una diamida que consiste en el producto de reacción de 1 mol de dicha diamina a) con 2 moles de dicho hidroxiácido b) como se ha definido anteriormente, preferiblemente siendo dicho hidroxiácido b) ácido 12-hidroxiesteárico y

- ii) una diamida que consiste en el producto de reacción de 1 mol de diamina c) con 2 moles de dicho hidroxácido b) como se ha definido anteriormente, preferiblemente siendo dicho hidroxácido b) ácido 12-hidroxiesteárico y
- iii) una diamida que consiste en el producto de reacción de 1 mol de diamina según e) y de 2 moles de dicho hidroxácido b) como se ha definido anteriormente, preferiblemente siendo dicho hidroxácido b) ácido 12-hidroxiesteárico.

5

La diamida de la invención comprende al menos 3 productos de reacción diferentes tales como los resultantes de la reacción entre dichas diaminas a), c), e) y f) y los monoácidos b) y eventualmente d).

Según un modo particular, dicho monoácido d) está presente en una proporción tal que la relación en moles $d/(b+d)$ es inferior a 0,5 y preferiblemente varía entre 0,02 y 0,5.

- 10 Según una preferencia particular, dicha diamida de la invención está en forma de polvo micronizado, preferiblemente en forma de polvo que tiene un tamaño medio en volumen inferior a 20 μ , más preferiblemente inferior a 15 μ . La determinación de dicho tamaño se puede realizar con un aparato de medida dotado de un detector láser.

La micronización se realiza mediante molienda mecánica seguida eventualmente por un tamizado, o por molienda con chorro de aire para la obtención de los polvos más finos con una distribución de tamaño de partícula controlada y más estrecha.

15

El segundo objetivo de la invención se refiere a la utilización de la diamida de la invención como agente organogelificador en medio disolvente orgánico.

Por tanto, dicho aditivo se puede utilizar como aditivo reológico, en particular en forma de pasta preactivada preconcentrada en un disolvente orgánico. El disolvente orgánico puede ser una mezcla de disolventes. Preferiblemente, es un disolvente polar o comprende al menos un disolvente polar. Una utilización importante preferida de dicha diamida es una utilización (como aditivo reológico) en una composición de revestimientos, en particular en pinturas, barnices, tintas y revestimientos gelificados ("gel coats") o en una composición de cola y de adhesivo o de agente de decapado o de moldeo o de cosmética. Más preferiblemente, dicha utilización se refiere a una composición de revestimientos, teniendo en cuenta las cuestiones planteadas sobre la afinidad, en estos medios, de la diamina m-xililendiamina a reemplazar según el objetivo de la invención, como se ha explicado anteriormente.

20

25

Otro objetivo de la invención es un agente organogelificador, en particular aditivo reológico que comprende al menos una diamida como se define según la invención, como se ha descrito anteriormente. Más particularmente, se puede tratar de un agente o un aditivo reológico, en particular tixotrópico, en una composición preconcentrada en al menos un disolvente orgánico, incluida una mezcla de disolventes, preferiblemente en al menos un disolvente orgánico polar, en forma de pasta preactivada.

30

La expresión "disolvente orgánico polar" según la descripción anterior incluye en su definición o debe interpretarse como que significa "al menos un disolvente orgánico polar" o "una mezcla de disolventes orgánicos que comprende al menos un disolvente orgánico polar". Se considera como disolvente orgánico polar un disolvente que comprende al menos un grupo polar, como por ejemplo un grupo alcohol o éster. Como ejemplo de disolvente orgánico polar según la primera opción de interpretación, se puede mencionar un alcohol tal como etanol o butanol o su mezcla, y según la segunda opción de interpretación (mezcla de disolventes orgánicos que comprende al menos un disolvente orgánico polar), una mezcla de dicho alcohol (etanol o butanol) con un disolvente no polar como por ejemplo xileno.

35

Finalmente, la invención cubre una composición de aglutinante orgánico, la cual comprende como agente (o aditivo que es un término equivalente a agente) reológico al menos una diamida como se ha definido anteriormente según la invención.

40

Más particularmente, esta composición de aglutinante orgánico es una composición de revestimientos, pinturas, barnices, tintas y revestimientos gelificados ("gel coats") o una composición de cola o de adhesivo o de agente de decapado o de moldeo o de cosmética. Según una opción más preferida, dicha composición es una composición de revestimientos. Según otra posibilidad, dicha composición es una composición de sellador o de agente de estanqueidad. Según otra opción, esta composición es una composición de moldeo. Las composiciones de moldeo o de revestimientos gelificados ("gel coats") o de revestimientos reticulables por radiación son composiciones en medio disolvente reactivo (también llamado diluyente reactivo), como los poliésteres insaturados o ésteres vinílicos en estireno o en otro comonomero equivalente o monómeros y/u oligómeros acrílicos (es decir, acrilados) multifuncionales, utilizando dichos oligómeros como diluyente reactivo un monómero acrílico multifuncional.

45

50

Más específicamente, dicho aglutinante orgánico se puede seleccionar de: resinas epoxídicas, poliésteres insaturados, ésteres vinílicos, alquidos, resinas de silanos, poliuretanos, poliésteres-amidas, resinas acrílicas a base de disolventes (diluyente no reactivo), monómeros y/u oligómeros acrílicos (multifuncionales), en el último caso siendo el diluyente reactivo un monómero acrílico (multifuncional) o elastómeros clorados y elastómeros no clorados y polímeros clorados distintos de los elastómeros clorados, preferiblemente resinas epoxídicas, poliésteres

55

insaturados, ésteres vinílicos, alquidos, poliuretanos, poliésteres-amidas, resinas acrílicas a base de disolventes y dichos monómeros y/u oligómeros acrílicos o elastómeros clorados y elastómeros no clorados.

Monómeros y/u oligómeros acrílicos significan que llevan al menos una función acrilato o metacrilato y en particular multifuncionales, es decir, con al menos dos de dichas funciones acrilato o metacrilato por molécula.

- 5 Los ejemplos presentados a continuación son a modo de ilustración de la invención y de sus rendimientos, y no limitan de ninguna manera su cobertura.

Parte experimental

I.- Materias primas utilizadas

Tabla 1: Materias primas utilizadas

Producto	Función	Referencia comercial	Proveedor
Hexametildiamina	Componente respecto a amida	Hexametildiamina 98%	Aldrich
Meta-xililendiamina	Componente respecto a amida	mXDA	Mitsubishi Chemicals
1,3-bis(aminometil)-ciclohexano	Componente respecto a amida	1,3-BAC	Mitsubishi Chemicals
Acido 12-hidroxiesteárico	Componente respecto a amida	12-HSA	Jayant Agro
Etilendiamina	Componente respecto a amida	Etilendiamina \geq 99,5% (GC)	Aldrich
Resina epoxídica	Aglutinante respecto a formulación	Araldite® GZ 7071X75	Huntsman
Resina epoxídica	Aglutinante respecto a formulación	Araldite® GY 783 BD	Huntsman
Agente desburbujante	Agente desburbujante	BYK® A530	Byk
Agente dispersante	Dispersante	Disperbyk® 110	Byk
Dióxido de titanio	Pigmento	Tiona® 595	Sociedad de los ocre de Francia
Oxido de hierro	Pigmento	Bayferrox® 915	Lubrizol
Fosfato de zinc	Pigmento	ZP 10	HEUCOPHOS
Talco	Aditivo respecto a formulación	Finntalc® MO5	Mondo minerals
Sílice	carga	HPF6	Sibelco
n-Butanol	Disolvente	n-Butanol	Aldrich
Poliamida	Endurecedor respecto a aglutinante	CRAYAMID® 140	Arkema
Xileno	disolvente	Xileno, grado reactivo	Aldrich

10 II- Métodos y pruebas utilizadas

Las formulaciones se evalúan con dos pruebas: la prueba de resistencia al flujo (corrimiento) y una evaluación de la viscosidad a diferentes velocidades.

- Prueba de resistencia al flujo

Se lleva a cabo mediante un controlador de corrimiento (Levelling/Sagging Tester, de Sheen Instruments) que permite establecer la resistencia de un revestimiento al corrimiento debido a la gravedad. Fabricado de acero inoxidable y dotado de una hoja recta, este controlador comprende muescas de valor creciente.

- 5 La prueba consiste en depositar diferentes tiras de pintura de espesor paralelo sobre una tira de contraste gracias a un controlador de corrimiento. La tarjeta de contraste se coloca inmediatamente en posición vertical, la película más delgada en la parte superior. El espesor en el que se unen las tiras indica la tendencia al corrimiento.

- Evaluación de la viscosidad

- 10 En la presente invención se lleva a cabo mediante un Brookfield® RV a 25°C (móvil: S 4). La velocidad del móvil se fija en 50 RPM (revoluciones por minuto) y la viscosidad de cada pintura se mide después de que ésta se haya estabilizado. Se repite la operación para una velocidad de 20 RPM, 10 RPM, 5 RPM, 1 RPM.

III- Preparación y caracterización de las diamidas (u organogelificadores, aditivos reológicos)

Ejemplo 1: Amida a base de meta-xililendiamina y hexametildiamina y 12-HSA

- 15 En un matraz de 1 litro dotado de un termómetro, un Dean-Stark, un condensador y un agitador, se introducen bajo una corriente de nitrógeno 61,29 g de meta-xililendiamina (0,46 moles), 63,8 g de etilendiamina (o sea, 0,54 moles), 315,2 g de ácido 12-hidroxiesteárico (1,00 mol).

- 20 La mezcla se calienta a 200°C siempre bajo corriente de nitrógeno. El agua eliminada comienza a acumularse en el Dean Stark desde 150°C. La reacción se controla por el índice de ácido y de amina. Cuando los valores de ácidos y de aminas son inferiores a 10 (en mg de KOH/g), la mezcla de reacción se enfría a 150°C, después se descarga en un molde de silicona. Una vez enfriado a temperatura ambiente, el producto se microniza mecánicamente por molienda y tamizado para obtener un tamaño de partícula fino y controlado con tamaño medio obtenido de 7 µm.

Para los Ejemplos 2, 3 y 4: se ha utilizado el mismo procedimiento, pero con las proporciones de componentes de reacción presentados en la tabla 2 a continuación:

Tabla 2: productos amida preparados 1 a 4

Ejemplo	Reactivos amínicos/ácidos	Mol
1	Meta-xililendiamina	0,46
	Hexametildiamina	0,54
	Acido 12-hidroxiesteárico	1,00
2	Meta-xililendiamina	0,42
	Etilendiamina	0,18
	Hexametildiamina	0,40
	Acido 12-hidroxiesteárico	1,00
3	1,3-bis(aminometil)-ciclohexano	0,46
	Hexametildiamina	0,54
	Acido 12-hidroxiesteárico	1,00
4	1,3-bis(aminometil)-ciclohexano	0,42
	Etilendiamina	0,18
	Hexametildiamina	0,40
	Acido 12-hidroxiesteárico	1,00

- 25 IV- Evaluación de los rendimientos reológicos en una formulación de pintura

Las amidas preparadas se han evaluado en formulaciones (reactivas) de pinturas epoxídicas de alta proporción de sólidos (o de extracto seco elevado) en xileno.

1) Preparación de las formulaciones de pintura

Se prepara una formulación denominada "millbase" con las proporciones presentadas en la tabla 3 más adelante, y de la siguiente manera:

5 En un bol de dispersador (Dispermill® 2075 línea amarilla, proveedor: Erichsen) calentado por un sistema de doble camisa, se llevan a cabo las siguientes y sucesivas operaciones:

1.1) introducción de los aglutinantes epoxídicos así como dispersante y agente desburbujante. La homogeneización se realiza durante 2 minutos a 800 revoluciones/minuto (800 rotaciones por minuto o 800 rpm).

10 1.2) introducción de las cargas y pigmentos, después molienda a 3000 rpm durante 30 minutos mediante un aspa de 7 cm. El bol de doble camisa permite que esta etapa tenga lugar a temperatura ambiente con un baño de agua fría (a 20°C).

1.3) introducción de los disolventes (butanol según la tabla 3) y homogeneización

2) Activación del aditivo amida en la "millbase"

15 24 horas después de la preparación de la "millbase", la formulación se dispersa de nuevo mediante un aspa de 4 cm a 3000 rpm. La diamida a evaluar se introduce en la millbase y se activa in situ a 2 temperaturas de activación probadas, de 50°C y 70°C durante 20 minutos y a 3000 rpm.

20 La evaluación se realiza solo 24 h después de la activación y 30 minutos después de la adición, en la millbase, del endurecedor diluido en xileno (ver tabla 4), y las pinturas así obtenidas se ajustan en viscosidad de aplicación de pintura, con una mezcla de xileno/butanol (1/1 en peso) a aproximadamente 0,4 P o aproximadamente 40 mPa.s (más precisamente a 0,37-0,38 P o 37-38 mPa.s) medida en el cono 4 a 25°C a 2500 s⁻¹ mediante un viscosímetro Brookfield® CAP 1000. Las proporciones entre el endurecedor y la mezcla de disolventes se definen en la tabla 4 a continuación. La cantidad de mezcla xileno/metanol 1/1 utilizada para el ajuste de viscosidad puede variar, pero en general menos del 1% (de variación) de una prueba a otra.

Después del ajuste, la pintura se mezcla/homogeneiza a 1500 rpm durante 2 minutos, después se deja en reposo durante 30 minutos antes de la evaluación 24 horas después.

25

Tabla 3: formulación "Millbase"

A-Composición de la Millbase	Función	% peso
Araldite® GZ 7071X75	aglutinante	17,3
Araldite® GY 783 BD	aglutinante	12,9
BYK® A530	Agente desburbujante	0,5
Disperbyk® 110	Dispersante	0,5
Tiona® 595 (dióxido de titanio)	Pigmento	1,9
Bayferrox® 915 595 (óxido de hierro)	Pigmento	4,1
ZP 10 (fosfato de zinc)	Pigmento	7,5
Finntalc® MO5	carga	9,4
Sílice HPF6	carga	19,0
n-Butanol	Disolvente	5,4
Diamida 1,2,3 o 4	Aditivo reológico	0,8
TOTAL		79,3

Tabla 4: endurecedor

B-Composición del endurecedor	% en masa
CRAYAMID® 140	8,8
Xileno	11,9
TOTAL	20,7

3) Evaluación de la reología de las formulaciones preparadas de las pinturas epoxídicas y resultados

5 Se han realizado diferentes formulaciones con las amidas preparadas 1 a 4 de acuerdo con las proporciones presentadas en las tablas 3 y 4 y con 2 temperaturas de activación examinadas de 50 a 70°C según el protocolo expuesto anteriormente.

Los resultados de resistencia al corrimiento y de reología muestran que la amida 3 a base de 1,3-bis(aminometil)-ciclohexano tiene un efecto tixotrópico comparable o al menos similar al de la amida 1 a base de m-xililendiamina para la misma formulación activada a 50°C o a 70°C.

10 Los resultados de resistencia al corrimiento y reológicos muestran que la amida 4 a base de 1,3-bis(aminometil)-ciclohexano tiene un efecto tixotrópico comparable o al menos similar al de la amida 2 a base de m-xililendiamina para la misma formulación activada a 50°C o a 70°C.

15 En consecuencia, las amidas 3 y 4 a base de 1,3-bis(aminometil)-ciclohexano presentan las características necesarias y muy satisfactorias de un aditivo reológico. Por tanto, la diamina 1,3-bis(aminometil)-ciclohexano puede sustituir a la m-xililendiamina en el contexto de la invención con resultados al menos tan buenos como los obtenidos sin sustitución pero, en este último caso, con el problema de la toxicidad de dicha diamina no resuelto y los inconvenientes mencionados.

Los resultados de resistencia al corrimiento se presentan en la tabla 5 y los de los rendimientos reológicos en la tabla 6 a continuación.

Tabla 5: resultados de resistencia al corrimiento

Temperatura de activación (°C)	Amida evaluada	Resistencia al corrimiento (µm)
50	1	450
50	3	425
50	2	375
50	4	425
70	1	425
70	3	450
70	2	450
70	4	450

20 Los resultados de evaluación reológica (viscosidad e índice de tixotropía TI 1/10 y TI 5/50 se presentan en la tabla 6 a continuación.

ES 2 771 860 T3

Tabla 6: resultados reológicos

Temperatura de activación (°C)	Amida evaluada	Viscosidad Brookfield a 25°C (mPa.s) a diferentes velocidades de rotación que varían de 1, 5, 10, 50 y 100 rpm					Índices de tixotropía	
		1	5	10	50	100	TI 1/10	TI 5/50
50	1	11600	3960	2640	1232	948	4,39	3,21
50	3	10200	3540	2360	1132	878	4,32	3,13
50	2	10200	3520	2380	1140	886	4,29	3,09
50	4	8800	3040	2060	1020	806	4,27	2,98
70	1	9600	3360	2260	1076	834	4,25	3,12
70	3	10400	3440	2280	1048	812	4,56	3,28
70	2	11800	3840	2540	1100	826	4,65	3,49
70	4	10000	3320	2200	1008	772	4,55	3,29

REIVINDICACIONES

1. Diamida de ácido graso, caracterizada por que comprende los productos resultantes de una mezcla de reacción que comprende:
- 5 a) al menos una diamina cicloalifática que comprende un anillo de 6 átomos de carbono y, en particular, que comprende globalmente, incluido dicho anillo, de 6 a 18 átomos de carbono, preferiblemente seleccionándose dicha diamida de: 1,3-bis(aminometil)-ciclohexano (1,3-BAC), 1,4-bis(aminometil)-ciclohexano (1,4-BAC), 1,2-bis(aminometil)-ciclohexano (1,2-BAC) y sus mezclas de isómeros, decahidronaftalen-diaminas, isoforona-diaminas, más preferiblemente 1,3-bis(aminometil)-ciclohexano (1,3-BAC), 1,4-bis(aminometil)-ciclohexano (1,4-BAC), y aún más preferiblemente 1,3-bis(aminometil)-ciclohexano (1,3-BAC),
- 10 b) un hidroxíácido graso, de ácido 12-hidroxiesteárico (12-HSA), ácido 9-hidroxiesteárico (9-HSA), ácido 10-hidroxiesteárico (10-HSA), ácido 14-hidroxiicosanoico (14-HEA) o sus mezclas binarias o ternarias o cuaternarias, preferiblemente ácido 12-hidroxiesteárico o una mezcla binaria o ternaria de ácido 12-hidroxiesteárico con los otros hidroxíácidos mencionados,
- 15 c) al menos una segunda diamina seleccionada de diaminas primarias alifáticas lineales de C₂ a C₁₂, preferiblemente de C₂ a C₈, más preferiblemente de C₂ a C₆,
- d) opcionalmente, al menos un monoácido seleccionado de ácidos carboxílicos lineales saturados y no hidroxilados de C₆ a C₁₈, preferiblemente de C₆ a C₁₅, más preferiblemente de C₆ a C₁₂,
- e) opcionalmente, al menos una tercera diamina primaria diferente de c) seleccionada de diaminas alifáticas lineales de C₂ a C₁₂, preferiblemente de C₂ a C₈, más preferiblemente de C₂ a C₆,
- 20 f) al menos una diamina aromática seleccionada de xililendiaminas, preferiblemente de m-, p-xililendiaminas (m-, p-XDA), más preferiblemente m-xililendiamina (m-XDA), pudiendo dicha diamina aromática estar reemplazada parcialmente por una diamina cicloalifática como se define en a) y
- por que
- 25 - dicha diamina cicloalifática a) está en presencia de al menos una diamina aromática f) seleccionada de xililendiaminas,
- dicha diamina a) representa 50 a 99% en moles del total en moles de diaminas a) + f) y
- el % en moles de (a+f)/(a+c+e+f) varía de 30 a 80%.
2. Diamida según la reivindicación 1, caracterizada por que el % en moles de (a+f)/(a+c+e+f) varía de 30 a 65%.
3. Diamida de ácido graso según la reivindicación 1 o 2, caracterizada por que dicha diamina cicloalifática a) es 1,3-BAC o 1,4-BAC y por que está en presencia de p-XDA o m-XDA, preferiblemente m-XDA.
- 30 4. Diamida según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizada por que dicho monoácido d) está presente en una proporción tal que la relación en moles d/(b+d) es inferior a 0,5 y preferiblemente varía entre 0,02 y 0,5.
5. Diamida según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizada por que está en forma de polvo micronizado, preferiblemente en forma de polvo que tiene un tamaño medio en volumen inferior a 20 μ, más preferiblemente inferior a 15 μ.
- 35 6. Utilización de la diamida tal como se define según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 como agente organogelificador en medio disolvente orgánico.
7. Utilización según la reivindicación 6, caracterizada por que dicha diamida se utiliza como aditivo reológico, en particular en forma de pasta preactivada preconcentrada en un disolvente orgánico.
- 40 8. Utilización según la reivindicación 6 o 7, caracterizada por que dicha diamida se utiliza en una composición de revestimientos, en particular en pinturas, barnices, tintas y revestimientos gelificados ("gel coats") o en una composición de cola o de adhesivo o de agente de decapado o de moldeo o de cosmética, más particularmente en una composición de revestimientos.
9. Utilización según la reivindicación 6 o 7, caracterizada por que dicha diamida se utiliza en una composición de sellador o de agente de estanqueidad.
- 45 10. Agente organogelificador, en particular aditivo reológico, caracterizado por que comprende al menos una diamida tal como se define según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.
11. Composición de aglutinante orgánico, caracterizada por que comprende como aditivo reológico al menos una diamida tal como se define según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.

12. Composición de aglutinante orgánico según la reivindicación 11, caracterizada por que se trata de una composición de revestimientos, en particular pinturas, barnices, tintas y revestimientos gelificados ("gel coats") o de una composición de cola o de adhesivo o de agente de decapado o de cosmética.
- 5 13. Composición de aglutinante orgánico según la reivindicación 11, caracterizada por que se trata de una composición de sellador o de agente de estanqueidad.
14. Composición de aglutinante orgánico según la reivindicación 11, caracterizada por que se trata de una composición de moldeo.
- 10 15. Composición según la reivindicación 11, caracterizada por que dicho aglutinante se selecciona de: resinas epoxídicas, poliésteres insaturados, ésteres vinílicos, alquidos, resinas de silanos, poliuretanos, poliésteres-amidas, resinas acrílicas a base de disolventes, monómeros y/u oligómeros acrílicos o elastómeros clorados o elastómeros no clorados y polímeros clorados distintos de los elastómeros clorados.